

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-60634

(43)公開日 平成10年(1998) 3月3日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 2 3 C 14/34			C 2 3 C 14/34	A
B 2 2 F 3/14			C 2 2 C 28/00	B
C 2 2 C 28/00			B 2 2 F 3/14	A

審査請求 未請求 請求項の数 2 O L (全 4 頁)

(21)出願番号	特願平8-218421	(71)出願人	000183303 住友金属鉱山株式会社 東京都港区新橋5丁目11番3号
(22)出願日	平成8年(1996)8月20日	(72)発明者	中西 次郎 千葉県市川市中国分 3-18-5 住友金 属鉱山株式会社中央研究所内
		(72)発明者	高塚 裕二 千葉県市川市中国分 3-18-5 住友金 属鉱山株式会社中央研究所内
		(72)発明者	森本 敏夫 東京都青梅市末広町 1-6-1 住友金 属鉱山株式会社電子事業本部内

(54)【発明の名称】 スパッタリング用焼結合金ターゲット材及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 高密度、低酸素量のTe合金製スパッタ用ターゲット材、及び、これを低コストで作製する方法を提供する。

【解決手段】 テルル金属および／またはテルルを含む合金を加圧焼結した、結晶粒径が実質的に45～250μmからなる、相対密度が92%以上であるスパッタリング用焼結合金ターゲット材。また、テルル粉末および／またはテルルを含む合金粉末を加圧焼結して相対密度を92%以上とするスパッタリング用焼結合金ターゲット材の製造方法において、前記テルル粉末および／またはテルルを含む合金粉末の粒径をJIS Z 8801で60メッシュ以下330メッシュ以上の粒度に限定したスパッタリング用焼結合金ターゲット材の製造方法。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 テルル金属および／またはテルルを含む合金を加圧焼結した、結晶粒径が実質的に45～250 μm からなる、相対密度が92%以上のスパッタリング用焼結合金ターゲット材。

【請求項2】 テルル粉末および／またはテルルを含む合金粉末を加圧焼結して相対密度を92%以上とするスパッタリング用焼結合金ターゲット材の製造方法において、前記テルル粉末および／またはテルルを含む合金粉末を60メッシュ以下330メッシュ以上の粒度に限定したことを特徴とするスパッタリング用焼結合金ターゲット材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】この発明は、カルコゲナイド系のスパッタリング用焼結合金ターゲット材及びその製造方法に関し、特に、光ディスク製造時の薄膜形成工程に供せられる、高密度、低酸素量のTe系スパッタリング用焼結合金ターゲット、及び、その経済的な製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】Teを含む合金は相変化型光ディスクの記録媒体薄膜層に好適な素材として実用化されている。この薄膜層は一般にはスパッタリング法により製造されている。スパッタリング法で用いられるターゲットは、円形または角形板状のTeを含む合金などのターゲット材と、それにろう付けする冷却板（バックングプレート）から成る。

【0003】従来、上記ターゲット材の大部分は、特公平3-55547号公報、特公平3-72153号公報、特公昭63-28987号公報、あるいは、特開昭64-62466号公報で示されるような、冷間静水圧プレスまたは、冷間静水圧プレス、あるいは加圧焼結をともなう粉末焼結法を用いて製造されていた。

【0004】しかしこれらの製造方法では、TeあるいはTeを含む合金が酸素を吸着しやすいために得られた成形体は1000～5000ppmの多くの酸素を含むこととなり、このような成形体をターゲット材に用いると、スパッタリング中にターゲット材が割れたり、異常放電が発生するなどした。

【0005】そこで、成形体の酸素量を低減させるために、（1）原料に蒸留精製処理を施してその酸素含有量を低減させる、（2）原料粉末の真空脱ガス処理を行う、（3）粉碎中の酸化を防ぐために不活性ガス中で粉碎する、（4）焼結を水素含有の還元雰囲気で行う、（5）焼結中の酸化を防ぐために冷間静水圧プレスで成形し、焼結をしない、などの処置を前記製造方法に加えていた。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】しかし、上記（1）～

（4）の方法は、いずれもターゲット作製の工程を増やすために高コスト化につながる。また、（5）の方法によれば、相対密度が92%以上になりにくいという欠点があった。相対密度が低いと得られる薄膜の性能が劣る。

【0007】そこで本発明は、上記問題を解決し、高密度、低酸素量のTe合金製スパッタ用ターゲット材を低コストで作製する方法を提供する。

【0008】

【課題を解決するための手段】上記課題を解決するための本発明のスパッタリング用焼結合金ターゲット材は、テルル金属および／またはテルルを含む合金を加圧焼結した、結晶粒径が実質的に45～250 μm からなる、相対密度が92%以上であることを特徴とする。また、本発明のスパッタリング用焼結合金ターゲット材の製造方法は、テルル粉末および／またはテルルを含む合金粉末を加圧焼結して相対密度を92%以上とするスパッタリング用焼結合金ターゲット材の製造方法において、前記テルル粉末および／またはテルルを含む合金粉末の粒径をJIS Z 8801で60メッシュ以下330メッシュ以上の粒度に限定したことを特徴とする。

【0009】

【発明の実施の形態】従来、テルル金属および／またはテルルを含む合金を加圧焼結してターゲット材を得るには、原料となる合金粉末の粒径を60メッシュ以下（JIS Z 8801による。以下同じ。）としていた。60メッシュを超える粗い粒子は、焼結密度の低下を招くからである。

【0010】しかし、このような原料には、単位重量あたりの表面積が極めて大きい330メッシュ未満の微細な粉末が多量に含まれて、この微細な粉末はその粒子表面に自然形成される酸化層の割合が大きく、最終的に成形体の含有酸素量を大きくしてしまった。そこで、本発明においては合金粉末の粒径を60メッシュ以下330メッシュ以上の粒度に限定した。これにより、45 μm 未満の微細な粉末の割合が著しく減少して原料粉末中、及び成形体の酸素量は低減される。更に、成形体の相対密度が92%以上となり、スパッタリング時に異常放電の発生が低減される。

【0011】また、原料となる合金粉末の粒径を60メッシュ以下330メッシュ以上の粒度に限定することで、加圧焼結して得られる成形体の結晶粒径は、実質的に45～250 μm となる。

【0012】60メッシュ以下330メッシュ以上の粒度に限定するには、60メッシュと330メッシュの篩とを用いて分級することが歩留まりを高めるために望ましいが、その間のメッシュの篩、例えば70、100、200、280、325メッシュ等を用いてもよい。

【0013】本発明が対象とする組成は、例えばGeSbTe系やInSbTe系薄膜の光記録媒体の製造に用

いられるTe金属や、Te合金であり、特に限定されるものではない。

【0014】

【実施例】以下、本発明のターゲット材となる成形体を本発明の方法に従って製造した。

実施例1・・・原料のTe、Ge、Sbの各金属（いずれも純度99.99重量%）を原子比でTe:Ge:Sb=5:2:2となるように秤量し、これらの原料をAr雰囲気中で800℃まで加熱し熔融した後に鋳造し、Te-Ge-Sb系合金とした。次にこの合金をエタノール中でディスクミルを用いて粉碎し、乾燥させた。この乾燥させた粉末を、まず60メッシュの篩で分級し、その篩下を更に330メッシュの篩で分級し、その篩上を原料粉末とした。篩にはいずれも直径200mmの円筒形のステンレス製試験用篩を用いた。

【0015】次にこの原料粉末を黒鉛型に充填し、プレス圧300kgf/cm²、最高焼結温度550℃、Ar雰囲気下で加圧焼結を行った。得られた成形体の相対密度は93.5%、酸素量は800ppmであった。また、この成形体の組織を走査型電子顕微鏡で観察したところ、結晶粒径は45~250μmであった。

【0016】実施例2・・・原料のTe、In、Sbの各金属（いずれも純度99.99重量%）を原子比でTe:In:Sb=1:1:1となるように秤量し、これらの原料をAr雰囲気中で800℃まで加熱し熔融した後に鋳造し、Te-In-Sb系合金とした。次にこの合金をエタノール中でディスクミルを用いて粉碎し、乾燥させた。この乾燥させた粉末を、まず60メッシュの篩で分級し、その篩下を更に330メッシュの篩で分級し、その篩上を原料粉末とした。篩にはいずれも直径200mmの円筒形のステンレス製試験用篩を用いた。

【0017】次にこの原料粉末を黒鉛型に充填し、プレス圧300kgf/cm²、最高焼結温度510℃、Ar雰囲気下で加圧焼結を行った。得られた成形体の相対密度は95.5%、酸素量は800ppmであった。また、この成形体の組織を走査型電子顕微鏡で観察したところ、結晶粒径は45~250μmであった。

【0018】比較例1・・・原料のTe、Ge、Sbの各金属（いずれも純度99.99重量%）を原子比でTe:Ge:Sb=5:2:2となるように秤量し、これらの原料をAr雰囲気中で800℃まで加熱し熔融した後に鋳造し、Te-Ge-Sb系合金とした。次にこの合金をエタノール中でディスクミルを用いて粉碎し、乾燥させた。この乾燥させた粉末を、60メッシュの篩で分級し、その篩下を原料粉末とした。篩には直径200mmの円筒形のステンレス製試験用篩を用いた。

【0019】次にこの原料粉末を黒鉛型に充填し、プレス圧300kgf/cm²、最高焼結温度550℃、Ar雰囲気下で加圧焼結を行った。得られた成形体の相対

密度は93.0%、酸素量は2200ppmとかなり高い値であった。また、この成形体の組織を走査型電子顕微鏡で観察したところ、結晶粒径は3~250μmであり、45μm未満の微細な結晶粒径が極めて多く観察された。

【0020】比較例2・・・原料のTe、Ge、Sbの各金属（いずれも純度99.99重量%）を原子比でTe:Ge:Sb=5:2:2となるように秤量し、これらの原料をAr雰囲気中で800℃まで加熱し熔融した後に鋳造し、Te-Ge-Sb系合金とした。次にこの合金をエタノール中でディスクミルを用いて粉碎し、乾燥させた。この乾燥させた粉末を、まず26メッシュの篩で分級し、その篩下を更に330メッシュの篩で分級し、その篩上を原料粉末とした。篩にはいずれも直径200mmの円筒形のステンレス製試験用篩を用いた。

【0021】次にこの原料粉末を黒鉛型に充填し、プレス圧300kgf/cm²、最高焼結温度550℃、Ar雰囲気下で加圧焼結を行った。得られた成形体の相対密度は87.0%とかなり低い値を示した。酸素量は780ppmであった。また、この成形体の組織を走査型電子顕微鏡で観察したところ、結晶粒径は45~580μmであり、250μmを超える粗大な結晶粒径が極めて多く観察された。

【0022】比較例3・・・原料のTe、In、Sbの各金属（いずれも純度99.99重量%）を原子比でTe:In:Sb=1:1:1となるように秤量し、これらの原料をAr雰囲気中で800℃まで加熱し熔融した後に鋳造し、Te-In-Sb系合金とした。次にこの合金をエタノール中でディスクミルを用いて粉碎し、乾燥させた。この乾燥させた粉末を、60メッシュの篩で分級し、その篩下を原料粉末とした。篩には直径200mmの円筒形のステンレス製試験用篩を用いた。

【0023】次にこの原料粉末を黒鉛型に充填し、プレス圧300kgf/cm²、最高焼結温度510℃、Ar雰囲気下で加圧焼結を行った。得られた成形体の相対密度は94.0%、酸素量は2100ppmと極めて高い値を示した。また、この成形体の組織を走査型電子顕微鏡で観察したところ、結晶粒径は3~250μmであり、45μm未満の微細な結晶粒径が極めて多く観察された。

【0024】比較例4・・・原料のTe、In、Sbの各金属（いずれも純度99.99重量%）を原子比でTe:In:Sb=1:1:1となるように秤量し、これらの原料をAr雰囲気中で800℃まで加熱し熔融した後に鋳造し、Te-In-Sb系合金とした。次にこの合金をエタノール中でディスクミルを用いて粉碎し、乾燥させた。この乾燥させた粉末を、60メッシュの篩で分級し、その篩下を原料粉末とした。篩には直径200mmの円筒形のステンレス製試験用篩を用いた。

【0025】次にこの原料粉末を黒鉛型に充填し、プレス圧 300 kgf/cm^2 、最高焼結温度 510°C 、 Ar 雰囲気下で加圧焼結を行った。得られた成形体の相対密度は 87.0% 、酸素量は 850 ppm であった。また、この成形体の組織を走査型電子顕微鏡で観察したところ、結晶粒径は $46\sim 580\mu\text{m}$ であり、 $250\mu\text{m}$ を超える粗大な結晶粒径が極めて多く観察された。

【0026】以上示したように、本発明の製造方法で得られた成形体は、比較例と比べて高密度、かつ、低酸素

量であることがわかる。また、本発明の製造方法によれば、従来の製造方法に比べて、原料に蒸留精製処理を施す、真空脱ガス処理を行う、不活性ガス中で粉砕する、焼結を水素含有の還元雰囲気で行う、などの処置を不要とし、低コストで製造できる。

【0027】

【発明の効果】本発明により、高密度、低酸素量のTe合金製スパッタ用ターゲット材が低コストで作製できる。